

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 09085045 A

(43) Date of publication of application: 31.03.97

(51) Int. Cl

B01D 53/68

B01D 53/34

B01D 53/54

(21) Application number: 07274821

(22) Date of filing: 27.09.95

(71) Applicant: KANKEN TECHNO KK SEIKA  
HIGTECH:KK

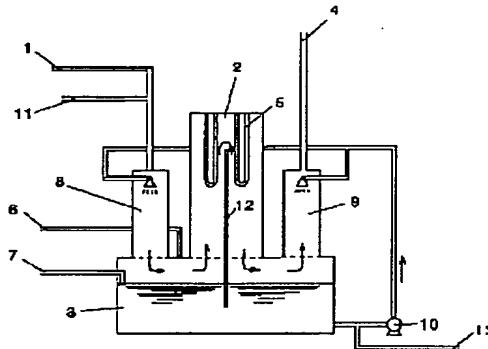
(72) Inventor: IMAMURA KEIJI  
TSUCHIYA HIROO

(54) METHOD FOR DETOXIFYING NF<sub>3</sub> EXHAUST GAS  
AND APPARATUS THEREFOR

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To safely and efficiently detoxify NF<sub>3</sub> gas so as not to generate environmental pollution by adding water and ammonia gas to a gas containing NF<sub>3</sub> to react them with NF<sub>3</sub> to decompose NF<sub>3</sub> to nitrogen and hydrogen fluoride and neutralizing and detoxifying formed hydrogen fluoride as an ammonium salt.

SOLUTION: The NF<sub>3</sub>-containing exhaust gas from an exhaust gas inflow pipe 1 is diluted with the nitrogen gas from an N<sub>2</sub> inflow pipe 11 to be introduced into an inlet scrubber 8 and water is sprayed from above to add water to the exhaust gas and ammonia gas is added to the exhaust gas from an NH<sub>3</sub> inflow pipe 6 and this exhaust gas is heated by a heater element 5 in a reaction part 2 and NF<sub>3</sub> and water are reacted to be reduced and decomposed to NOx and hydrogen fluoride. NOx and hydrogen fluoride are further reacted with ammonia to be decomposed and neutralized to N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O and ammonium fluoride. This heated and decomposed exhaust gas is successively introduced into an outlet scrubber 9 to be washed with water and a water-soluble component inclusive ammonia fluoride is absorbed, removed and detoxified to be discharged from an exhaust pipe 4.



COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-85045

(43)公開日 平成9年(1997)3月31日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
B 0 1 D 53/68  
53/34  
53/54

識別記号 庁内整理番号  
ZAB

F I  
B 0 1 D 53/34

技術表示箇所  
1 3 4 C  
ZAB  
1 2 8

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全3頁)

(21)出願番号 特願平7-274821

(22)出願日 平成7年(1995)9月27日

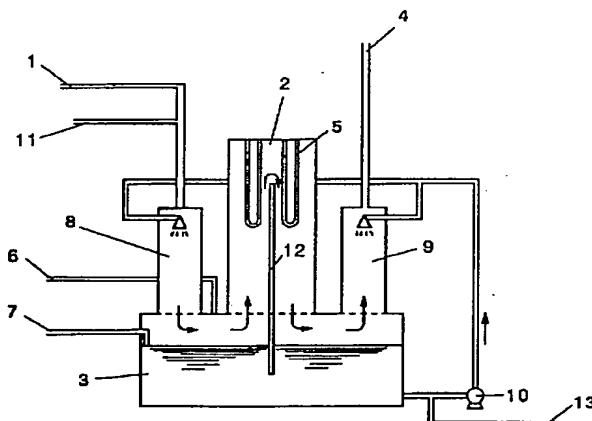
(71)出願人 592010106  
カンケンテクノ株式会社  
大阪府吹田市垂水町3丁目18番9号  
(71)出願人 395017139  
株式会社セイカハイテック  
大阪市中央区北浜4丁目7番28号  
(72)発明者 今村 啓志  
大阪府吹田市垂水町3丁目18番9号 カン  
ケンテクノ株式会社内  
(72)発明者 土屋 宏夫  
大阪市中央区北浜4丁目7番28号 株式会  
社セイカハイテック内  
(74)代理人 弁理士 森 義明

(54)【発明の名称】 NF3排ガスの除害方法及び除害装置

(57)【要約】

【課題】 安全で、効率よくかつ低成本でNF3排ガスを処理し、環境汚染の問題ないように無害化するNF3排ガスの除害方法及び除害装置を提供する。

【解決手段】 NF3を含有する気体に、水とアンモニアガスとを加える。その混合物を還元的雰囲気下で加熱、反応させ、NF3を窒素とフッ化水素に分解させる。生成したフッ化水素をアンモニウム塩として中和、除害する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 NF<sub>3</sub>を含有する気体に、水とアンモニアガスとを加え、該混合物を還元的雰囲気下で加熱、反応させ、NF<sub>3</sub>を窒素とフッ化水素に分解させると共に、生成したフッ化水素をアンモニウム塩として中和、除害することを特徴とするNF<sub>3</sub>排ガスの除害方法。

【請求項2】 NF<sub>3</sub>を含有する気体に、水とアンモニアガスとを加え、該混合物を還元的雰囲気下で加熱、反応させ、NF<sub>3</sub>を窒素とフッ化水素に分解させる反応部を有する加熱分解装置と、生成したフッ化水素をアンモニウム塩として中和、除害する除害装置とから構成されることを特徴とするNF<sub>3</sub>排ガスの除害装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、半導体などの製造に伴い発生するNF<sub>3</sub>排ガスの除害方法及び除害装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、NF<sub>3</sub>は、CVD装置のクリーニング用ガスとして用いられているが、その1/3~1/2程度は未反応のまま装置から排出される。NF<sub>3</sub>は、COと似た毒性を有するガスであるため、環境中への放出に当たってはNF<sub>3</sub>を含む排ガスを予め除害する必要がある。

【0003】 NF<sub>3</sub>を除害する方法としては、(a) NF<sub>3</sub>を含有する気体と水蒸気とを混合し、NF<sub>3</sub>を水と反応させて分解する方法(特開平3-65218号公報)、(b) NF<sub>3</sub>を含む排ガスを加熱酸化分解すると共に、その酸化分解生成物とNH<sub>3</sub>とを反応させる方法(特開平4-290524号公報)などがある。

【0004】 しかしながら、上記(a)の方法では、有害なフッ化水素と共にNO<sub>x</sub>が多量に副生するため、これらの2次除害が必要であること、また、酸性ガスによる腐食性が大きいことから、高価な材質の装置を必要とするなどの問題点がある。また、(b)の方法では、酸性ガスによる腐食は低減されるが、反応には外部加熱による高温度(1000°C程度)が必要であり、さらに分解反応部内は酸化雰囲気であるためそれに起因する腐食が起こることから、(a)の方法と同様に、高価な材質の装置を必要とするという問題点がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、上記した従来の問題点を解決し、安全で、効率よく、かつ低成本でNF<sub>3</sub>排ガスを処理し、環境汚染の問題がないように無害化するNF<sub>3</sub>排ガスの除害方法及び除害装置を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、NF<sub>3</sub>を含む排ガスをアンモニアガスと混合し、水蒸気の存在下、還元的雰囲気下において加熱、反応させることによ

り、NF<sub>3</sub>が窒素とフッ化水素に分解され、生成したフッ化水素をアンモニウム塩として中和、除害することにより、従来よりも低温で、かつNO<sub>x</sub>の副生もなくNF<sub>3</sub>が無害化されることを見出し、本発明を完成した。即ち、本発明の要旨は、NF<sub>3</sub>を含有する気体に、水とアンモニアガスとを加え、該混合物を還元的雰囲気下で加熱、反応させ、NF<sub>3</sub>を窒素とフッ化水素に分解させると共に、生成したフッ化水素をアンモニウム塩として中和、除害することを特徴とするNF<sub>3</sub>排ガスの除害方法、および、そのための装置にある。

【0007】 本発明においては、NF<sub>3</sub>は水と反応して、フッ化水素、NO<sub>x</sub>等に分解されるものと考えられる(2NF<sub>3</sub>+3H<sub>2</sub>O→NO+NO<sub>2</sub>+6HF)。ここで生成したフッ化水素はアンモニアと反応してフッ化アンモニウムとなり、NO<sub>x</sub>もアンモニアと反応して最終的に窒素と水に分解される。また、NF<sub>3</sub>はアンモニアとも直接反応して窒素とフッ化水素に分解されると考えられる(NF<sub>3</sub>+NH<sub>3</sub>→N<sub>2</sub>+3HF)。

## 【0008】

【実施の形態】 以下、本発明の方法および装置について詳細に説明する。図1は本発明によるNF<sub>3</sub>排ガスの除害装置の概要を示した図である。

【0009】 本発明においては、NF<sub>3</sub>含有排ガスに水とアンモニアガスとを加え、酸素、空気等が存在しない還元的雰囲気下で反応を行う。還元的雰囲気下において加熱、反応させる方法は特にアンモニアガスは可燃性であることから、両ガスを混合するとある濃度範囲で爆鳴気を形成する。従って、爆鳴気形成を避ける目的でNF<sub>3</sub>濃度を1vol%以下、好ましくは0.5vol%以下になるよう希釈する方法が好適である。例えば、NF<sub>3</sub>含有排ガスを、N<sub>2</sub>流入管(11)より供給されるN<sub>2</sub>により上記の濃度に希釈すればよい。

【0010】 排ガス流入管(1)より導入されたNF<sub>3</sub>含有排ガスは、N<sub>2</sub>流入管(11)からの窒素ガスで希釈される。希釈された排ガスを、入口スクラバー(8)に導入し、上部より水を噴霧してガスと接触させる事により、水を添加する。この場合の水の添加量は、排ガス中のNF<sub>3</sub>量と比例するが、通常NF<sub>3</sub>の2倍モル以上が好ましい。

【0011】 ここで所定量の水を添加された排ガスは、NH<sub>3</sub>流入管(6)からNH<sub>3</sub>ガスを添加されて、反応部(2)に導かれ、ヒーターエレメント(5)で加熱され、NF<sub>3</sub>は水と反応してNO<sub>x</sub>とフッ化水素に還元分解される。アンモニアの使用量は、NF<sub>3</sub>およびNF<sub>3</sub>と水との反応生成物の量に比例するが、通常NF<sub>3</sub>の4倍モル以上が好ましい。

【0012】 本発明で用いる反応部(2)としては特に限定されず、例えば、反応部の内部に、電気的に温度制御可能なヒーターエレメントを設けたものが好ましい。反応温度は通常300°C~700°C、さらに好ましくは、450°C

~650°Cの範囲である。本発明においては、NF<sub>3</sub>含有排ガスの熱分解は、特に酸素、空気等を添加しない還元的雰囲気下で行われるため、従来の加熱酸化分解に比較して、100°C以上低温で反応が可能である。

【0013】更に、NO<sub>x</sub>およびフッ化水素はアンモニアと反応してN<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、フッ化アンモニウムに分解、中和される。加熱、分解処理された排ガスは引き続き、出口スクラバー(9)に導入され、水洗処理される。この水洗処理の方法は特に限定されないが、上部より水を噴霧して処理ガスと接触させる事により行うことができる。これにより、フッ化水素とアンモニアから生成するフッ化アンモニウムを始めとする水溶性成分を吸収、除去することができる。冷却水により洗浄冷却されフッ化アンモニウム等を吸収、除去して無害化した後は、排気管(4)から排出される。

【0014】冷却水は給水管(7)から水洗水タンク(3)に供給され、ポンプ(10)で加圧され、入口スクラバー(8)および出口スクラバー(9)の給水となる。入口スクラバー(8)は、排ガス中の酸性成分の溶解分離と水供給の機能を果たす。また、出口スクラバー(9)は、フッ化アンモニウム、過剰のアンモニアの吸収除害およびガス冷却が主な機能である。入口スクラバー(8)での酸性水洗水は、水洗水タンク(3)中の水で中和され排水管(13)から排出される。

#### 【0015】

##### 【実施例】

【実施例1】排ガス流入管(1)より10vol%のNF<sub>3</sub>を含む窒素を5リットル/分で、N<sub>2</sub>流入管(11)より窒素を250リットル/分でそれぞれ入口スクラバー(8)に導入し、水を水蒸気換算で5リットル/分になるように添加した。次に、NH<sub>3</sub>流入管(6)からNH<sub>3</sub>ガスを、10リットル/分で添加し、反応部(2)に導入し、反応温度550°C、接触時間

5秒で反応させた。反応後のガスは出口スクラバー(9)で水洗した。出口ガス中のNF<sub>3</sub>ガス濃度は5ppm、NO<sub>x</sub>濃度は3ppm以下、フッ化水素濃度は0.5ppm以下であった。

【0016】【実施例2】NF<sub>3</sub>を約1.5vol%含むCVDクリーニング排ガスを50リットル/分で排ガス流入管(1)より導入する以外は、実施例1と同じ条件で処理した。出口ガス中のNF<sub>3</sub>ガス濃度は8ppm、NO<sub>x</sub>濃度は5ppm以下、フッ化水素濃度は0.5ppm以下であった。

#### 【0017】

【発明の効果】本発明により、比較的低温で、しかも短時間でNF<sub>3</sub>の分解が可能となり、NO<sub>x</sub>の副生や装置の腐食も無く、安全で、ランニングコストが低廉なNF<sub>3</sub>排ガスの除害方法および除害装置を提供することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるNF<sub>3</sub>排ガスの除害装置の概要を示した図。

##### 【符号の説明】

- (1) 排ガス流入管
- (2) 反応部
- (3) 水洗水タンク
- (4) 排気管
- (5) ヒーターエレメント
- (6) NH<sub>3</sub>流入管
- (7) 給水管
- (8) 入口スクラバー
- (9) 出口スクラバー
- (10) ポンプ
- (11) N<sub>2</sub>流入管
- (12) 邪魔板
- (13) 排水管

【図1】

